

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

FR 767 416

USPTO PATENT FULL-TEXT AND IMAGE DATABASE[Home](#)[Quick](#)[Advanced](#)[Pat Num](#)[Help](#)[Bottom](#)[View Cart](#)[Add to Cart](#)[Images](#)

(1 of 1)

United States Patent**6,303,468****Aspar , et al.****October 16, 2001****Method for making a thin film of solid material****Abstract**

The invention relates to a method of manufacturing a thin film of solid material comprising at least the following steps: a step of ionic implantation through one face of a substrate of said solid materials using ions capable of creating in the volume of the substrate and at a depth close to the mean depth of penetration of the ions, a layer of micro-cavities or micro-bubbles, this step being carried out at a particular temperature and for a particular length of time, an annealing step intended to bring the layer of micro-cavities or micro-bubbles to a particular temperature and for a particular length of time with the intention of obtaining cleavage of the substrate on both sides of the layer of micro-cavities or micro-bubbles. The annealing step is carried out to a thermal budget made in relation to the thermal budget of the ionic implantation step and possibly other thermal budgets inferred for other steps, in order to provide said cleavage of the substrate.

Inventors: **Aspar; Bernard** (Rives, FR); **Bruel; Michel** (Veurey, FR)
Assignee: **Commissariat A l'Energie Atomique** (Paris, FR)
Appl. No.: **463976**
Filed: **February 14, 2000**
PCT Filed: **August 11, 1998**
PCT NO: **PCT/FR98/01789**
371 Date: **February 14, 2000**
102(e) Date: **February 14, 2000**
PCT PUB.NO.: **WO99/08316**
PCT PUB. Date: **February 18, 1999**

Foreign Application Priority Data

Aug 12, 1997[FR]

97 10288

Current U.S. Class:**438/455; 148/DIG12; 156/250; 257/E21.567; 257/E21.568;
438/458; 438/515; 438/526; 438/766; 438/798**

THIS PAGE BLANK (USPTO)

EP 24403 (1)

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

(11) N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

2 767 416

(21) N° d'enregistrement national :

97 10288

(51) Int Cl⁶ : H 01 L 21/265, H 01 L 21/324

(12)

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

(22) Date de dépôt : 12.08.97.

(30) Priorité :

(43) Date de mise à la disposition du public de la
demande : 19.02.99 Bulletin 99/07.

(56) Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

(60) Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

(71) Demandeur(s) : COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATO-
MIQUE ETABLISSEMENT DE CARACT SCIENT TECH ET
INDUST — FR.

(72) Inventeur(s) : ASPAR BERNARD et BRUEL MICHEL.

(73) Titulaire(s) :

(74) Mandataire(s) : BREVATOME.

(54) PROCEDE DE FABRICATION D'UN FILM MINCE DE MATERIAU SOLIDE.

(57) L'invention concerne un procédé de fabrication d'un
film mince de matériau solide, comprenant au moins les éta-
pes suivantes :

- une étape d'implantation ionique au travers d'une face
d'un substrat dudit matériau solide au moyen d'ions aptes à
créer, dans le volume du substrat et à une profondeur voisi-
ne de la profondeur moyenne de pénétration des ions, une
couche de microcavités ou de microbulles, cette étape étant
menée à une température déterminée et pendant une durée
déterminée,
- une étape de recuit destinée à porter la couche de mi-
crocavités ou de microbulles à une température déterminée
et pendant une durée déterminée en vue d'obtenir un cliva-
ge du substrat de part et d'autre de la couche de microcavi-
tés ou de microbulles.

L'étape de recuit est menée avec un budget thermique
prévu, en fonction du budget thermique de l'étape d'implan-
tation ionique et éventuellement d'autres budgets thermi-
ques induits par d'autres étapes, pour obtenir ledit clivage
du substrat.

FR 2 767 416 - A1



**PROCEDE DE FABRICATION D'UN FILM MINCE DE MATERIAU
SOLIDE**

Domaine technique

5

La présente invention concerne un procédé de fabrication d'un film mince de matériau solide. Ce procédé permet en particulier le transfert d'un film mince de matériau solide homogène ou hétérogène sur un support constitué d'un matériau solide de même nature ou de nature différente.

Etat de la technique antérieure

15

Le document FR-A-2 681 472 décrit un procédé de fabrication de films minces de matériau semiconducteur. Ce document divulgue que l'implantation d'un gaz rare ou d'hydrogène dans un substrat en matériau semiconducteur est susceptible de créer la formation de microcavités ou de microbulles (encore désignées par le terme "platelets" dans la terminologie anglo-saxonne) à une profondeur voisine de la profondeur moyenne de pénétration des ions implantés. Si ce substrat est mis en contact intime, par sa face implantée avec un raidisseur et qu'un traitement thermique est appliqué à une température suffisante, il se produit une interaction entre les microcavités ou les microbulles conduisant à une séparation du substrat semiconducteur en deux parties : un film mince semiconducteur adhérent au raidisseur d'une part, le reste du substrat semiconducteur d'autre part. La séparation a lieu à l'endroit où les microcavités ou microbulles sont présentes. Le traitement thermique est tel que l'interaction entre les microbulles ou microcavités créées par implantation induit une

35

séparation entre le film mince et le reste du substrat. Il y a donc transfert d'un film mince depuis un substrat initial jusqu'à un raidisseur servant de support à ce film mince.

5 Ce procédé peut également s'appliquer à la fabrication d'un film mince de matériau solide autre qu'un matériau semiconducteur (un matériau conducteur ou diélectrique), cristallin ou non.

10 Si le film mince délimité dans le substrat est suffisamment rigide par lui-même (à cause de son épaisseur ou à cause de ses propriétés mécaniques) on peut obtenir, après le recuit de transfert, un film autoporté. C'est ce qu'enseigne le document FR-A-2 738 671.

15 Par contre, en l'absence de raidisseur, si le film est trop mince pour induire la fracture sur toute la largeur du substrat, des bulles apparaissent à la surface traduisant la présence de microfissures au niveau de la profondeur moyenne d'implantation des ions. Dans ce cas, le traitement thermique ne produit pas de couches autoportées mais produit uniquement des copeaux.

20 Dans le document FR-A-2 681 472, le traitement thermique est défini à partir de la température de recuit, dans une étape postérieure à l'étape d'implantation, cette température de recuit étant supérieure à la température d'implantation et devant être telle qu'elle provoque la séparation entre le film mince et le reste du substrat.

30 Les documents cités plus haut spécifient que le traitement thermique est mené à une température supérieure à la température d'implantation. Le document FR-A-2 681 472 indique que, dans le cas d'un substrat en silicium la température d'implantation est de
35 préférence comprise entre 20°C et 450°C et que, pour le

recuit, une température supérieure, est nécessaire (par exemple une température de 500°C).

Cependant, dans certains cas et pour certaines applications, une température de traitement thermique élevée peut présenter des inconvénients. En effet, il peut être avantageux d'obtenir un clivage du substrat à des températures considérées comme basses, en particulier à des températures inférieures à la température d'implantation. Ceci est important notamment dans le cas où le transfert met en présence des matériaux à coefficients de dilatation thermique différents.

Il peut être avantageux d'effectuer l'étape d'implantation ionique à une température élevée, et qui peut être plus élevée que la température prévue pour l'étape de traitement thermique. L'intérêt de ceci réside dans le fait que, s'il n'y a pas de contrainte sur la température d'implantation, une forte densité de courant d'implantation peut être obtenue sans être obligé de refroidir le substrat. Les durées d'implantation sont alors fortement diminuées.

Par ailleurs, entre l'étape d'implantation ionique et l'étape de traitement thermique (ou recuit) provoquant le clivage, on peut être amené à traiter la face implantée, par exemple en vue de créer des circuits électroniques dans le cas d'un substrat en matériau semiconducteur. Or, ces traitements intermédiaires peuvent être altérés si la température de recuit est trop élevée.

30

Exposé de l'invention

L'invention permet de résoudre ces problèmes de l'art antérieur. Les inventeurs de la présente invention ont en effet découvert qu'il est

35

possible de baisser la température de recuit si l'on tient compte du budget thermique fourni au substrat au cours des différentes étapes du procédé (étape d'implantation ionique, étape éventuelle d'adhésion du substrat sur le raidisseur, traitements intermédiaires éventuels, étape de recuit permettant la séparation). Par budget thermique, on entend que, pour une étape où un apport thermique est apporté (par exemple lors de l'étape de recuit), il ne faut pas raisonner uniquement sur la température mais sur le couple temps-température fourni au substrat.

A titre d'exemple, pour un substrat en silicium faiblement dopé, implanté avec une dose de $5,5 \cdot 10^{16}$ ions H^+/cm^2 d'énergie 69 keV, à une température de 80°C pendant environ 5 minutes, le clivage apparaît pour un budget thermique, dans le cas d'un recuit isotherme, qui dépend comme on l'a vu du couple temps-température. Ce budget thermique est de 2 h 15 min à 450°C. Si la dose implantée est plus importante par exemple pour un substrat en silicium faiblement dopé implanté avec une dose de 10^{17} ions H^+/cm^2 à 69 keV à une température de 80°C pendant 5 mn, le budget thermique nécessaire pour obtenir le clivage est inférieur au précédent. Ce budget est par exemple de 2 mn 22 s à 450°C ou de 1 h 29 mn à 300°C. Ainsi, le clivage se produit pour des budgets thermiques, dans le cas d'un recuit isotherme, qui sont différents des cas précédents mais qui dépendent toujours du couple temps-température. Le choix des budgets thermiques peut dépendre également du type de matériau et de son niveau de dopage lorsque ce dernier est dopé.

A titre d'exemple pour du silicium fortement dopé (par exemple 10^{20} bore/ cm^3) que l'on implante avec une dose de $5,5 \cdot 10^{16}$ ions H^+/cm^2 d'énergie 69 keV, à une température de 80°C pendant 5 mn, le

clivage est obtenu pour un budget thermique de 4 mn 15 s à 300°C ou 1 h 43 mn à 225°C.

Dans le cas où le traitement thermique est réalisé à l'aide d'une montée progressive en température, il faut tenir compte du budget thermique appliqué aux substrats pendant cette montée en température car il contribue au clivage.

De façon générale, le choix du budget thermique à utiliser pour obtenir la fracture dépend de l'ensemble des budgets thermiques appliqués au matériau de base ou à la structure à partir de l'étape d'implantation. Tous ces budgets thermiques constituent un bilan thermique qui permet d'atteindre le clivage de la structure. Ce bilan thermique est formé par au moins deux budgets thermiques : celui de l'implantation et celui du recuit.

Il peut comporter, en fonction des applications, d'autres types de budgets par exemple : un budget thermique pour renforcer les liaisons moléculaires à l'interface de collage ou pour créer ces liaisons, un ou plusieurs budgets thermiques pour la réalisation d'éléments actifs.

L'invention a donc pour objet un procédé de fabrication d'un film mince de matériau solide, comprenant au moins les étapes suivantes :

- une étape d'implantation ionique au travers d'une face d'un substrat dudit matériau solide au moyen d'ions aptes à créer, dans le volume du substrat et à une profondeur voisine de la profondeur moyenne de pénétration des ions, une couche de microcavités ou de microbulles, cette étape étant menée à une température déterminée et pendant une durée déterminée,

- une étape de recuit destinée à porter la couche de microcavités ou de microbulles à une

température déterminée et pendant une durée déterminée en vue d'obtenir un clivage du substrat de part et d'autre de la couche de microcavités ou de microbulles, caractérisé en ce que l'étape de recuit est
5 menée avec un budget thermique prévu, en fonction du budget thermique de l'étape d'implantation ionique et de la dose et de l'énergie des ions implantés et éventuellement d'autres budgets thermiques induits par d'autres étapes, pour obtenir ledit clivage du
10 substrat.

On définit le terme de clivage au sens large, c'est-à-dire tout type de fracture.

Le procédé selon l'invention permet la réalisation d'un film mince de matériau solide,
15 cristallin ou non, qui peut être un matériau conducteur, un matériau semiconducteur ou un matériau diélectrique. Le substrat de matériau solide peut se présenter sous la forme d'une couche. Le budget thermique prévu pour l'étape de recuit prend également
20 en compte des paramètres de l'étape d'implantation tels que la dose d'ions implantés et l'énergie.

Les ions susceptibles d'être implantés sont avantageusement des ions de gaz rares ou d'hydrogène. La direction d'implantation des ions peut être normale
25 à la face du substrat ou légèrement inclinée.

Par hydrogène, on entend les espèces gazeuses constituées soit sous leur forme atomique (par exemple H) ou sous leur forme moléculaire (par exemple H₂) ou sous leur forme ionique (H⁺, H₂⁺, ...) ou sous
30 leur forme isotopique (Deutérium) ou isotopique et ionique, ...

Le budget thermique de l'étape de recuit peut être également prévu pour obtenir ledit clivage du substrat soit naturellement, soit à l'aide de
35 contraintes appliquées au substrat.

Le procédé peut comprendre en outre une étape de fixation de la face implantée du substrat sur un support. La fixation de la face implantée du substrat sur le support peut se faire au moyen d'une substance adhésive. L'étape de fixation peut inclure un traitement thermique.

L'étape de recuit peut être menée par chauffage impulsif.

Le procédé selon la présente invention s'applique en particulier à la fabrication d'un film mince de silicium monocristallin. Dans ce cas, avant d'obtenir le clivage du substrat, tout ou partie d'au moins un élément actif peut être réalisé dans la partie du substrat destinée à former le film mince. Si ladite face du substrat est masquée avant l'étape d'implantation ionique, le "masque" est tel que pour que l'étape d'implantation ionique soit apte à créer des zones de microcavités ou de microbulles suffisamment proches les unes des autres pour que ledit clivage puisse être obtenu.

Le procédé selon la présente invention s'applique également à la fabrication d'un film mince à partir d'un substrat dont ladite face présente des motifs.

Il s'applique également à la fabrication d'un film mince à partir d'un substrat comprenant des couches de natures chimiques différentes.

Il s'applique aussi à la fabrication d'un film mince à partir d'un substrat comprenant au moins une couche obtenue par croissance. Cette croissance peut être obtenue par épitaxie, la fracture pouvant avoir lieu dans la couche épitaxiée ou au-delà de la couche épitaxiée ou encore à l'interface.

L'invention sera mieux comprise à la lecture de la description qui va suivre, donnée à titre d'exemple non limitatif.

5 Description détaillée de modes de réalisation de l'invention

Un premier mode de réalisation de l'invention prévoit de réaliser l'étape d'implantation
10 à température relativement élevée.

Afin d'augmenter la productivité des équipements, et en particulier des planteurs, il apparaît intéressant d'utiliser des machines délivrant une forte densité de courant. Par exemple, des courants
15 de 4 mA sur une surface de 100 cm² permettant d'obtenir des doses de 5.10¹⁶ ions H⁺/cm² en 200 secondes soit environ 3 minutes. Si cette implantation est effectuée à 50 keV (ce qui donne une profondeur moyenne de l'ordre de 500 nm), on obtient une puissance de l'ordre
20 de 2 W/cm², ce qui dans le cas du silicium et pour un planteur classique sans refroidissement conduit à des températures de l'ordre de 470°C.

En résumé dans ce cas, la dose nécessaire à l'implantation a été obtenue pour une implantation à
25 une température de l'ordre de 470°C et un temps de l'ordre de 3 minutes.

Si un raidisseur est appliqué à ce substrat et qu'un traitement thermique de recuit d'environ 1 heure à 450°C est réalisé sur cette structure, le
30 budget thermique du traitement thermique est tel que les microcavités peuvent interagir entre elles et conduire à la fracture. On obtiendra ainsi le transfert du film mince du silicium sur son raidisseur.

Cet exemple montre bien que si certaines
35 précautions sont prises au niveau des budgets

thermiques appliqués au substrat au cours de l'implantation et du traitement thermique, il est possible d'obtenir le clivage à une température inférieure à la température d'implantation.

5 En conclusion, l'invention consiste à effectuer un traitement thermique avec un budget thermique minimum et tel qu'il conduit au clivage. Ce budget thermique minimum doit tenir compte de l'ensemble des budgets et notamment du budget thermique
10 fourni par l'implantation et du budget thermique fourni par le recuit.

 Un deuxième mode de réalisation de l'invention s'applique au transfert de matériaux présentant des coefficients de dilatation thermique
15 différents de ceux de leurs supports. C'est le cas des hétérostructures.

 Dans le cas d'un transfert de silicium sur de la silice pure, le raidisseur a un coefficient de dilatation thermique différent de celui du matériau
20 semiconducteur. Or, les budgets thermiques permettant le transfert du silicium monocristallin dans le cas du silicium faiblement dopé sont de l'ordre de quelques heures (6 heures) 450°C. A cette température, il se produit un décollement du substrat et du support
25 (raidisseur) mis en contact intime, au cours du recuit. Ce décollement se produit au niveau de l'interface de mise en contact et non au niveau de la couche où sont localisées les microcavités ou les microbulles. Par contre, si l'épaisseur du support en silice est
30 suffisamment faible (par exemple 400 µm), l'ensemble ne se décolle pas jusqu'à 250°C. Or, dans le cas où le silicium est fortement dopé (par exemple un dopage de type p de 10^{20} atomes de bores/cm²) le clivage peut être obtenu pour un budget thermique de 250°C pendant 1
35 heure et pour une implantation d'ions hydrogène d'une

dose de l'ordre de 5.10^{16} ions H^+/cm^2 . Comme il a été dit plus haut, de telles doses peuvent être obtenues avec des temps de l'ordre de quelques minutes dans le cas d'une température d'implantation d'environ $470^\circ C$.

5 Dans ce cas également, le clivage est obtenu pour une température de recuit inférieure à la température d'implantation.

10 Il est bien entendu que cela marche dans le cas où la température de recuit est supérieure à la température d'implantation.

REVENDICATIONS

1. Procédé de fabrication d'un film mince
de matériau solide, comprenant au moins les étapes
5 suivantes :

- une étape d'implantation ionique au
travers d'une face d'un substrat dudit matériau solide
au moyen d'ions aptes à créer, dans le volume du
substrat et à une profondeur voisine de la profondeur
10 moyenne de pénétration des ions, une couche de
microcavités ou de microbulles, cette étape étant menée
à une température déterminée et pendant une durée
déterminée,

- une étape de recuit destinée à porter la
15 couche de microcavités ou de microbulles à une
température déterminée et pendant une durée déterminée
en vue d'obtenir un clivage du substrat de part et
d'autre de la couche de microcavités ou de microbulles,

caractérisé en ce que l'étape de recuit est
20 menée avec un budget thermique prévu, en fonction du
budget thermique de l'étape d'implantation ionique et
de la dose et de l'énergie des ions implantés et
éventuellement d'autres budgets thermiques induits par
d'autres étapes, pour obtenir ledit clivage du
25 substrat.

2. Procédé selon la revendication 1,
caractérisé en ce que le budget thermique de l'étape de
recuit est également prévu pour obtenir ledit clivage
du substrat soit naturellement, soit à la suite de
30 contraintes appliquées au substrat.

3. Procédé selon l'une des revendications 1
ou 2, caractérisé en ce qu'il comprend en outre une
étape de fixation de la face implantée du substrat sur
un support.

4. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que la fixation de la face implantée du substrat sur le support se fait au moyen d'une substance adhésive.

5 5. Procédé selon l'une des revendications 3 ou 4, caractérisé en ce que l'étape de fixation inclut un traitement thermique.

6. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que l'étape de fixation est réalisée par adhésion moléculaire.

10 7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que l'étape de recuit est menée par chauffage impulsif.

8. Application du procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes à la fabrication d'un film mince de silicium monocristallin.

15 9. Application selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisée en ce que, avant d'obtenir le clivage du substrat, tout ou partie d'au moins un élément actif est réalisé dans la partie du substrat destinée à former le film mince.

20 10. Application selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisée en ce que, ladite face du substrat étant masquée avant l'étape d'implantation ionique, le masque est tel que pour que l'étape d'implantation ionique soit apte à créer des zones de microcavités ou de microbulles suffisamment proches les unes des autres pour que ledit clivage puisse être obtenu.

25 11. Application du procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10 à la fabrication d'un film mince à partir d'un substrat dont ladite face présente des motifs.

30 12. Application du procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 11, à la fabrication

d'un film mince à partir d'un substrat comprenant des couches de natures chimiques différentes.

5 13. Application du procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 12 à la fabrication d'un film mince à partir d'un substrat comprenant au moins une couche obtenue par croissance.

10 14. Application selon la revendication 12, caractérisée en ce que ladite croissance est obtenue par épitaxie.

REPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
de la
PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE
PRELIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

2767416

N° d'enregistrement
national

FA 549874
FR 9710288

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
A	EP 0 786 801 A (COMMISSARIAT ENERGIE ATOMIQUE) * colonne 3, ligne 45 - colonne 6, ligne 17 *	1-5,8,9
A	BRUEL M: "APPLICATION OF HYDROGEN ION BEAMS TO SILICON ON INSULATOR MATERIAL TECHNOLOGY" NUCLEAR INSTRUMENTS & METHODS IN PHYSICS RESEARCH, SECTION - B: BEAM INTERACTIONS WITH MATERIALS AND ATOMS, vol. 108, no. 3, février 1996, pages 313-319, XP000611125 * page 313, colonne 2, alinéa 2 - page 314, colonne 1, alinéa 2 *	1-6,8,12
A,D	FR 2 681 472 A (COMMISSARIAT ENERGIE ATOMIQUE)	
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.6)
		H01L
Date d'achèvement de la recherche		Examineur
6 avril 1998		Schuermans, N
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant</p>		

1

EPO FORM 1503 03.82 (P04C13)

THIS PAGE BLANK (USPTO)